

金钱白花蛇药酒的质量标准改进研究

郭 辉, 张翠英, 雷留成, 李振国
(河南省药品检验所, 郑州 450003)

关键词: 金钱白花蛇药酒; 土的宁; 薄层扫描法

中图分类号: R284.2 文献标识码: E 文章编号:

1005-9903(2002)02-0063-02

金钱白花蛇药酒为卫生部药品标准中药成方制剂第七册收载品种^[1]。由白花蛇、马钱子(制)、五加皮、肉桂、川牛膝等药味组成。功能祛风除湿, 散寒止痛, 活血通络, 舒筋强骨, 用于风寒、湿邪引起的痹症、痿症。但原质量标准缺少专属性鉴别项目, 含量测定方法为酸碱滴定法测定土的宁的含量, 误差较大。本文对该制剂中肉桂、川牛膝进行了薄层色谱鉴别, 并以薄层色谱法测定土的宁的含量, 以此作为该制剂的质控指标, 现将结果报道如下:

1 仪器与材料

CAMAG II型薄层扫描仪, NANOMAT 点样仪, 定量毛细管(CAMAG 公司), METTLER AE240 型电子天平。桂皮醛、土的宁对照品, 川牛膝对照药材(中国药品生物制品检定所提供); 氯仿、甲苯等所有试剂均为分析纯, 硅胶 G 薄层板和硅胶 GF254 薄层板(青岛海洋化工厂分厂); 金钱白花蛇药酒(河南省蓝天制药厂生产, 批号 991002, 000102, 000518)。

2.1 TLC 定性鉴别

2.1.1 肉桂 取本品 50ml, 水浴上低温挥至无醇味, 加水至

30ml, 置分液漏斗中, 低温挥干, 残渣加醋酸乙酯 1ml 使溶解, 作为供试品溶液。另取桂皮醛对照品, 加乙醇制成每 1ml 含 1 μ l 的溶液, 作为对照品溶液。按处方量取除肉桂外的其余药材, 按制剂工艺及样品制备方法, 制得缺肉桂的阴性对照溶液, 照薄层色谱法试验, 吸取供试品溶液和阴性对照溶液各 8 μ l, 对照品溶液 2 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以石油醚(60~90℃)-醋酸乙酯(8.5:1.5)为展开剂。展开, 取出, 晾干, 喷以 1% 2,4-二硝基苯肼溶液。供试品色谱中, 在与对照品色谱相应位置上, 显相同颜色的斑点。阴性对照溶液色谱相应的位置上, 不显示斑点, 专属性强。

2.1.2 川牛膝 取川牛膝对照药材粗粉 1g, 加 75% 乙醇 20ml, 回流提取 3h, 滤过, 滤液蒸干, 残渣加水 10ml 使溶解, 乙醚振摇提取 2 次, 每次 10ml, 合并乙醚液, 蒸干, 残渣加甲醇 2ml 使溶解, 作为对照药材溶液。按处方量取除川牛膝外的其余药材, 按制剂工艺及样品制备方法, 制得缺川牛膝的阴性对照溶液。照薄层色谱法试验, 吸取肉桂 TLC 鉴别项下供试品溶液和缺川牛膝阴性对照溶液各 4 μ l, 及对照药材溶液 2 μ l, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以苯-氯仿-丙酮(8:4:1)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 置紫外光灯(365nm)下检视。供试品色谱中, 在于对照药材色谱相应的位置上, 显相同颜色的荧光斑点。阴性对照品溶液色谱相应的位置上, 不显示斑点, 专属性强。

2.2 土的宁含量测定

2.2.1 对照品溶液制备 精密称取土的宁对照品适量, 加氯仿制成每 1ml 含 1mg 的溶液, 作为对照品溶液。

2.2.2 标准曲线的绘制 精密吸取上述对照品溶液(0.96mg/ml) 1.2.3.4.5 μ l, 分别点于同一硅胶 GF254 薄层板上, 以甲苯-丙酮-乙醇-浓氨试液(4:5:0.6:0.4)为展开剂, 展开, 取出, 晾干, 扫描, 测定吸收度积分值。以吸收度积分值为纵坐标, 点样量为横坐标, 绘制标准曲线, 得回归方程 $Y = 327.8 + 176.7X$ ($r = 0.9991$), 由标准曲线可知, 土的宁的点样量在 0.96~4.8 μ g 范围内, 呈良好的线性相关。

2.2.3 稳定性试验 精密吸取对照品溶液 2 μ l, 点于薄层板

上,展开、晾干,每隔 30min 测一次吸收度积分值,共计测定 5 次,吸收度积分平均值为 1030.7, $RSD = 1.65\%$,结果表明士的宁在 120min 内稳定。

2.2.4 精密密度试验 精密吸取同一对照品溶液 5 份,各 2ml,分别点于 5 块薄层板上,另精密吸取同一对照品溶液 5 份,各 2ml,点于同一薄层板上,依法展开,测定各斑点的吸收度积分值。考察同板精密度和异板精密密度,结果同板精密密度 $RSD = 0.90\%$,异板精密密度 $RSD = 1.66\%$,精密密度良好。

2.2.5 样品的含量测定 精密量取金钱白花蛇药酒 50ml,置水浴上蒸至近干,残渣加硫酸溶液(3~100)25ml,分次洗涤残渣并移至分液漏斗中,用氢氧化钠溶液(1~5)调 pH 至 9,氯仿萃取 4 次(25、25、10、10ml,合并氯仿提取液,水浴上蒸干,残渣用氯仿溶解并定容至 10ml 量瓶中,作为供试品溶液,另取士的宁对照品,加氯仿制成每 1ml 含 1mg 的溶液,作为对照品溶液。照薄层色谱法试验,吸收供试品溶液 8ml,对照品溶液 2ml 和 4ml,分别交叉点于同一硅胶 GF254 薄层板上,以甲苯-丙酮-乙醇-浓氨试液(4:5:0.6:0.4)为展开剂,展开取出、晾干,进行扫描,测定波长 = 275nm,测定供试品吸收度积分值与对照品吸收度积分值,计算,即得,测得结果见表 1。

表 1 金钱白花蛇药酒中士的宁的含量($n = 3$)

批号	平均含量(mg/ml)	RSD (%)
991002	0.075	1.33
000102	0.078	1.71
000518	0.067	2.49

2.2.6 加样回收率试验 精密量取已测得含量的金钱白花

蛇药酒 25ml,加入一定量的士的宁对照品,按样品含量测定项下方法,同法制备供试品溶液,并测定吸收度积分值,计算士的宁的总含量,得出回收率。结果见表 2。

表 2 士的宁加样回收试验结果

编号	样品含量 (mg)	加入量 (mg)	测得总量 (mg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	1.64	1.08	2.73	100.9		
2	1.64	1.07	2.69	98.1		
3	1.64	1.59	3.20	98.1	98.81	1.16
4	1.64	1.62	3.24	98.8		
5	1.64	2.32	3.94	99.1		
6	1.64	2.25	3.84	97.8		

3 讨论

士的宁的含量测定方法考查中,曾选用 4 种展开剂系统进行比较,(1)甲苯-丙酮-乙醇-浓氨试液(4:5:0.6:0.4);(2)甲苯-丙酮-乙醇-浓氨试液(16:12:1:4)的上层^[2];(3)氯仿-乙醇-环己烷(3:1:1);(4)苯-丙酮-甲醇-异丙醇-浓氨试液(5:3:1.5:0.5),氨水饱和层析缸。结果:系统(1)分离效果最好,Rf 值大小适中,斑点不拖尾,能满足定量要求。

参考文献:

- [1] 部颁药品标准[S]. 中药成方制剂第七册,1993. 97.
- [2] 中华人民共和国药典. 一部[S]. 北京:化学工业出版社,2000. 348.